

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
Please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-011306

(43)Date of publication of application : 13.01.1995

(51)Int.Cl.

B22F 9/04
C22C 33/02
C22C 38/00
H01F 1/053
// H01F 1/06

(21)Application number : 05-146086

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 17.06.1993

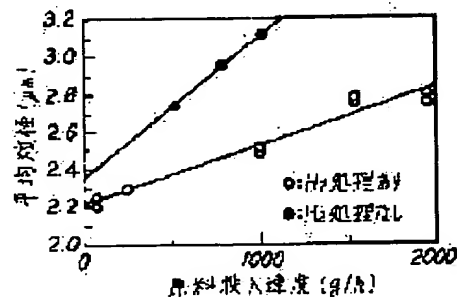
(72)Inventor : GOTO KUNIHICO
FUKUDA YASUTAKA

(54) PRODUCTION OF ALLOY POWDER FOR RARE EARTH-TRANSITION METAL MAGNET

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve the efficiency of pulverizing a raw material alloy without degrading magnet characteristics by crushing an alloy ingot for a rare earth-transition metal magnet having a specific compsn., then subjecting the powder thereof to a grain boundary embrittling treatment using hydrogen repetitively plural times.

CONSTITUTION: The alloy ingot for the rare earth-transition metal magnet contg., by at.%, ≥ 10 to $\geq 25\%$ RE (at least one kind selected from Y and lanthanoids) and ≥ 2 to $\geq 20\%$ B and consisting of the balance substantially $\geq 10\%$ to $< 73\%$ Fe, ≥ 7 to $\leq 50\%$ Co and ≥ 5 to $\leq 30\%$ Ni is crushed. Hydrogen in a gaseous mixture composed of hydrogen and inert gas contg. 10 to 20vol.% is absorbed in this alloy powder before pulverization and thereafter the alloy powder is subjected to the grain boundary embrittling treatment to cause dehydrogenation in a vacuum repetitively ≥ 2 times. As a result, the characteristic to be crushed of the alloy powder is improved and the powder is effectively pulverized without degrading the magnet characteristics of the alloy powder.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-11306

(43) 公開日 平成7年(1995)1月13日

(51) Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 2 F 9/04		E		
C 2 2 C 33/02		H		
	38/00	3 0 3 D		
H 0 1 F 1/053				

H 0 1 F 1/06

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平5-146086

(22) 出願日 平成5年(1993)6月17日

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(72) 発明者 後藤 国宏

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

(72) 発明者 福田 泰隆

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究本部内

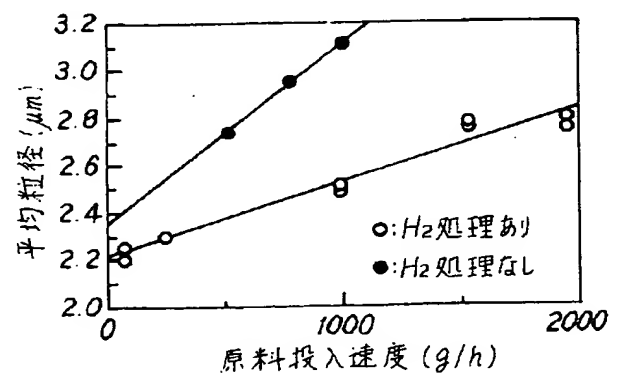
(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外5名)

(54) 【発明の名称】 希土類-遷移金属系磁石用合金粉末の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 磁石特性を劣化させることなしに、被粉碎性の向上を図る。

【構成】 希土類-遷移金属系磁石用の合金粉末の製造に際し、該合金インゴットの粗粉碎後、微粉碎前に、該合金粉末に、水素含有量: 1.0 ~ 20 vol% の水素-不活性ガス混合気体中で水素を吸収させ、その後真空中で脱水素する、という粒界脆化処理を2回以上繰り返して施す。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 RE : 10at%以上、25at%以下、

ここでREは、Yおよびランタノイドのうちから選んだ少なくとも一種、

B : 2at%以上、20at%以下を含み、残部は実質的にFe, Co及びNiの遷移金属元素からなり、これらFe, Co, Niの配合量がそれぞれ次の範囲、

Fe : 10at%以上、73at%未満、

Co : 7at%以上、50at%以下、

Ni : 5at%以上、30at%以下を満足する希土類-遷移金属系磁石用の合金粉末を製造するに際し、

該合金インゴットの粗粉碎後、微粉碎前に、該合金粉末に、水素含有量 : 1.0~20 vol%の水素-不活性ガス混合気体中で水素を吸収させ、その後真空中で脱水素する、という粒界脆化処理を2回以上繰り返して行うことを特徴とする、希土類-遷移金属系磁石用合金粉末の製造方法。

【請求項 2】 RE : 10at%以上、25at%以下、

ここでREは、Yおよびランタノイドのうちから選んだ少なくとも一種、

B : 2at%以上、20at%以下を含み、かつ、

Ga, Mg, Al, Si, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ge, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Ta及びWのうちから選んだ少なくとも一種 : 8at%以下を含有し、残部は実質的にFe, Co及びNiの遷移金属元素からなり、これらFe, Co, Niの配合量がそれぞれ次の範囲、

Fe : 10at%以上、73at%未満、

Co : 7at%以上、50at%以下、

Ni : 5at%以上、30at%以下を満足する希土類-遷移金属系磁石用の合金粉末を製造するに際し、

該合金インゴットの粗粉碎後、微粉碎前に、該合金粉末に、水素含有量 : 1.0~20 vol%の水素-不活性ガス混合気体中で水素を吸収させ、その後真空中で脱水素する、という粒界脆化処理を2回以上繰り返して行うことを特徴とする、希土類-遷移金属系磁石用合金粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、永久磁石材料として用いられる希土類-遷移金属系磁石用の合金粉末の製造方法に関し、とくにその粉碎工程において、水素中処理を加えることにより、該合金粉末の被粉碎性の向上を図ったものである。

【0002】

【従来の技術】 現在、希土類永久磁石材料としては、Nd-Fe-B系、Sm-Co系などが用いられている。中でもNd-Fe-B系希土類磁石は、Sm-Co系磁石より高い磁石特性を有すること、また原料となるNdが比較的安価で、しかも安定供給が可能であることから、その生産量は飛躍的に増大している。しかしながら、Nd-Fe-B系磁石に

は、Sm-Co系磁石と比べると耐蝕性及び熱安定性に劣るという欠点があった。

【0003】 この問題の解決策として、発明者らは先に、特開平 2-4939号公報において、Nd-Fe-B磁石のFeの一部をCo及びNiで複合置換することからなる、耐蝕性及び熱安定性に優れた希土類-遷移金属系磁石を提案した。この磁石は、高保磁力化を図るために、Nd-(Fe, Co, Ni)-B系合金にGa等の添加元素を加えている。また、このRE-TM-B系合金は、磁石機構発現の基となるRE₂TM₁₄B₁相の他に、粒界相として RE₁TM_x 組成 (xは1/3以上) の化合物が析出しており、焼結磁石を製作した際に、この RE₁TM_x 相が RE₂TM₁₄B₁相を取り囲むようにして存在することにより、焼結磁石の保磁力を発現させている。

【0004】 ところで、かかるRE-TM-B系合金の製造に際しては、より高い磁石特性を付与するために、該合金を数μm~数十μmの大きさに微粉碎し、これを磁場中で加圧成形することによって粉末の配向を揃えた後、焼結する、いわゆる粉末冶金のプロセスを経て最終製品とされるのが一般的である。このとき、焼結磁石中のRE₂TM₁₄B₁相の粒径を微細化し、また高い配向度を付与して、高保磁力を得るためには、原料としてできるだけ微細な粒度の粉末を用いることが望ましい。また成形時における金型への充填性や最終焼結磁石製品における磁気特性のばらつきの抑制といった観点からは、粉末粒径がなるべく均一であることが望まれる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 現在、希土類磁石合金を微粉化するには、不活性ガスを粉碎ガスとして用いるジェットミル粉碎、あるいはエタノール、シクロヘキサンなどの有機溶媒を用いるボールミル粉碎などが採用されている。しかしながら、希土類磁石合金は粉碎性が良くないため、均一に微粉化するのは難しく、また粉末の歩留りも悪い。

【0006】 この発明は、上記の問題を有利に解決するもので、希土類磁石合金の被粉碎性を効果的に向上させることによって、均一で微細な合金粉末を得ることができる新規な粉末製造技術を提案することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】 さて発明者は、上記の目的を達成すべく鋭意研究を行ったところ、粒界相として RE₁TM_x 組成の金属間化合物を有する希土類磁石合金を水素中で処理すると、粒界相である RE₁TM_x 金属間化合物中に最も多く水素が吸収され、しかもこの水素の吸収によって希土類の水素化物と遷移金属単体に分解される結果、合金全体が細かく粉碎されることの知見を得た。さらに、この水素中処理を施した場合には、その後の微粉碎工程での粉碎性も向上し、より一層の微細化が達成されること、また粉末歩留りも向上することが判明した。この発明は、上記の知見に立脚するものである。

【0008】すなわちこの発明は、RE: 10at%以上、25at%以下、ここでREは、Yおよびランタノイドのうちから選んだ少なくとも一種、B: 2at%以上、20at%以下を含み、残部は実質的にFe、Co及びNiの遷移金属元素からなり、これらFe、Co、Niの配合量がそれぞれ次の範囲、Fe: 10at%以上、73at%未満、Co: 7at%以上、50at%以下、Ni: 5at%以上、30at%以下を満足する希土類-遷移金属系磁石用の合金粉末を製造するに際し、該合金インゴットの粗粉碎後、微粉碎前に、該合金粉末に、水素含有量: 1.0~20 vol%の水素-不活性ガス混合気体中で水素を吸収させ、その後真空中で脱水素する、という粒界脆化処理を2回以上繰り返して行うことを特徴とする、希土類-遷移金属系磁石用合金粉末の製造方法(第1発明)である。

【0009】またこの発明は、上記の第1発明において、合金成分が、さらにGa、Mg、Al、Si、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ge、Zr、Nb、Mo、In、Sn、Ta及びWのうちから選んだ少なくとも一種: 8at%以下を含有する組成になる希土類-遷移金属系磁石用合金粉末の製造方法(第2発明)である。

【0010】

【作用】この発明では、磁石合金を水素中で処理することによって、粒界相である RE_2TM_4B 金属間化合物を選択的に水素で分解し、これによって合金の被粉碎性を向上させ、もってジェットミル等による粉碎能力及び微粉碎後の粉碎歩留りの向上を図るものである。かかる水素脆化処理では、水素含有量が高い程その脆化効果も向上するけれども、水素含有量が高すぎると、磁石相の水素との反応、分解によって特性の劣化をきたす。そこで、この発明では、水素含有量: 1.0~20 vol%という比較的緩慢な水素脆化条件の下で、かような脆化処理を2回以上繰り返すことによって、特性劣化のおそれなしに、効果的な微粉碎化を実現したものである。

【0011】以下、この発明において、素材合金の成分組成を上記の範囲に限定した理由について説明する。RE: 10at%以上、25at%以下、REすなわち希土類元素は、主相($Nd_2Fe_{14}B$ 型の正方晶)の形成と大きな結晶磁気異方性の発現に必須の元素であるが、含有量が10at%に満たないと、余分な遷移金属が軟磁性相として析出するため、保磁力を低下させる原因となり、一方25at%を超えると、焼結磁石の残留磁束密度が低下するので、REは10~25at%の範囲で含有させるものとした。なお、希土類元素の種類は、Y及びランタノイドのうちから選んだ少なくとも一種であればよく、元素の種類には特に限定されない。勿論、比較的安価なミッシュメタルを用いても差し支えない。

【0012】B: 2at%以上、20at%以下

Bは、主相である RE_2TM_4B 化合物の形成に必要な元素であるが、2at%に満たないと主相の形成効果に乏しく、一方20at%を超えると、非磁性のB富化相の割合が

増加し、焼結磁石の残留磁束密度が低下するので、2~20at%の範囲に限定した。

【0013】残部は実質的にFe、Co及びNi等の遷移金属元素であるが、これらの配合量はそれぞれ以下の範囲とする。

Fe: 10~73at%未満、Co: 7~50at%、Ni: 5~30at%
Co及びNiは、磁石の温度特性の改善に有効だけでなく、耐食性と磁気特性の改善にも寄与するが、 $Co < 7at\%$ 、 $Ni < 5at\%$ では上記の効果が得られず、一方 $Co > 50at\%$ 、 $Ni > 30at\%$ では逆に保磁力や残留磁束密度の低下を招くので、それぞれCo: 7~50at%、Ni: 5~30at%の範囲に限定した。また、Feが10at%未満では、残留磁束密度の低下を招き、一方73at%以上では、磁気特性は向上するものの、温度特性及び耐食性が低下するので、Fe含有量は10at%以上、73at%未満の範囲に限定した。

【0014】以上、基本成分について説明したが、この発明ではさらに以下の元素を添加することもできる。

Ga、Mg、Al、Si、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Cu、Zn、Ge、Zr、Nb、Mo、In、Sn、Ta及びWのうちから選んだ少なくとも一種: 8at%以下

これらの元素はいずれも、保磁力や角型性の向上に有効に寄与するが、含有量が8at%を超えると焼結磁石の残留磁束密度が低下するので、単独添加及び複合添加いずれの場合においても8at%以下で添加する必要がある。

【0015】上記の組成範囲内で合金を作製することにより、鑄造組織として、主相である RE_2TM_4B 正方晶化合物の他に、 RE_2TM_4B 組成の金属間化合物、その他 RE_2TM_4B 組成の金属間化合物が析出する。この発明では、かかる組織になる合金を粗粉碎または中粉碎した後、微粉碎する前に、水素中処理を施すわけであるが、この水素中処理においては雰囲気ガス中における水素の濃度を所定の範囲に制限することが重要である。すなわち、希土類-遷移金属合金の水素吸収能は、雰囲気ガス中の水素量に強く依存する。水素含有量が1.0~20 vol%では、水素吸収能の高い RE_2TM_4B 相のみが水素を吸収、分解し、磁石主相である RE_2TM_4B 相はほとんど水素を吸収しない。このため水素含有量が1.0~20 vol%では磁石主相にダメージを与えることなく、水素脆化を行うことが可能である。それ故、この発明では、水素処理時における水素含有量を1.0~20 vol%の範囲に限定したのである。この点、水素含有量が20 vol%を超えると、磁石相にも水素が吸収され、分解が生じるため、磁石特性特に残留磁束密度の低下がみられ、一方1.0 vol%未満では所望の脆化効果が得られず、微粉末回収効率の向上がみられない。

【0016】また、粉碎サイクルを2回以上と限定した理由は、サイクル1回では十分な脆化効果が得られないからである。なお、繰り返し回数は多ければ多いほど、脆化効果は向上するが、高コストとなるため、粉碎サイ

5

クルは2~4回程度が望ましい。なお、この際用いる不活性ガスの種類は特に限定されない。

【0017】

【実施例】

実施例1

使用した合金組成を表1に示す。原料としては、純度99.9%の鉄、コバルト及びニッケル金属、ほう素の含有量が19.17%のFe-B合金、ディスプロシウム含有量が87.9%のDy-Fe合金、純度99%のネオジム、プラセオジム、イットリウム、セリウム、サマリウム金属、ならびに純度99%以上のGa, Mg, Al, Si, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Cu, Zn, Ge, Zr, Nb, Mo, In, Sn, Ta及びWの各金属を用い、表1に示す組成になるよう秤量した後、250 TorrのAr雰囲気中で高周波溶解し、水冷銅鑄型に鑄込んでインゴットを作製した。このインゴットを5mm径程度に粗粉碎したのち、Moポートに載せ、加熱炉内で、表2に示す水素含有量のH₂-Ar混合ガス気流中にて300℃、2時間処理した後、 1×10^{-5} Torrの真空中で300℃で2時間脱水素処理を施す、というサイクルを2回繰り返した。実施例1の合金の水素処理後におけるSEM-COMP像を観察したところ、主に粒界においてクラックが発生しており、粒界相であるRE₂TMx組成の金属間化合物の水素による分解により、合金の破壊が生じていることが確認された。

6

【0018】について、水素中処理した粗粒粉を、篩い下粒径が500 μ m以下になるまで中粉碎した後、得られた中粒粉を、N₂ガスを不活性ガスとして用いたジェットミルにより、ガス圧力：7kg/cm²で数 μ mまで微粉碎した。各合金粉末の粉碎歩留り及び平均粒径を表2に示したが、この発明に従い粉碎した場合には、従来に比べ、微粉碎歩留りが90~96%と極めて高く、また平均結晶粒径も微細であった。

【0019】また図1に、実施例1の合金の微粉碎効率を、ジェットミル粉碎時の原料投入速度と作製された微粉末の平均粒径との関係で示したが、同図に示したとおり、水素中処理を行えば、たとえば平均粒径2.6 μ mの微粉を作製する場合、粉碎量を4倍に増大できる。

【0020】について、得られた微粉碎粉末を12 kOeの垂直磁場で1.0 ton/cm²の加圧圧力下で成形し、真空中で1020℃、2時間焼結したのち、アルゴンガスで急冷し、焼結磁石を得た。かくして得られた焼結磁石の磁気特性を、B-Hループトレーサーによって測定した結果を表2に併記する。同表から明らかなように、この発明に従い水素処理を施して得た微粉碎粉末を用いた場合には、従来と同等もしくはそれ以上の磁石特性が得られている。

【0021】

【表1】

No.	合金組成 (at%)
1	$(\text{Nd}_{0.99}\text{Dy}_{0.01})_{15}(\text{Fe}_{0.58}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Ti}_{0.02}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
2	$(\text{Nd}_{0.9}\text{Pr}_{0.1})_{15}(\text{Fe}_{0.52}\text{Co}_{0.35}\text{Ni}_{0.1}\text{Zr}_{0.01}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
3	$(\text{Nd}_{0.9}\text{Y}_{0.1})_{15}(\text{Fe}_{0.52}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.15}\text{Ta}_{0.01}\text{Sn}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
4	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Ce}_{0.07})_{15}(\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.2}\text{Ni}_{0.1}\text{Nb}_{0.03}\text{Al}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
5	$(\text{Nd}_{0.92}\text{Sm}_{0.08})_{15}(\text{Fe}_{0.55}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{V}_{0.04}\text{Mg}_{0.01})_{77}\text{B}_8$
6	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.55}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Si}_{0.02}\text{Ge}_{0.01}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
7	$\text{Nd}_{16}(\text{Fe}_{0.48}\text{Co}_{0.35}\text{Ni}_{0.15}\text{Ca}_{0.01}\text{Ga}_{0.01})_{76}\text{B}_8$
8	$\text{Nd}_{14}(\text{Fe}_{0.56}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Mo}_{0.02}\text{Ga}_{0.02})_{78}\text{B}_8$
9	$\text{Nd}_{14}(\text{Fe}_{0.56}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Zn}_{0.02}\text{In}_{0.02})_{78}\text{B}_8$
10	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.56}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Cr}_{0.01}\text{Mn}_{0.01}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
11	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.565}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Cu}_{0.015}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
12	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.58}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
13	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.55}\text{Co}_{0.35}\text{Ni}_{0.1})_{77}\text{B}_8$
14	$\text{Nd}_{18}(\text{Fe}_{0.4}\text{Co}_{0.4}\text{Ni}_{0.2})_{75}\text{B}_7$
15	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.58}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Ti}_{0.01}\text{Ga}_{0.01})_{76}\text{B}_9$
16	$\text{Nd}_{16}(\text{Fe}_{0.56}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Mo}_{0.02}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_7$
17	$\text{Nd}_{14}(\text{Fe}_{0.56}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Nb}_{0.02}\text{Ga}_{0.02})_{76}\text{B}_{10}$
18	$\text{Nd}_{15}(\text{Fe}_{0.61}\text{Co}_{0.25}\text{Ni}_{0.1}\text{V}_{0.02}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$
19	$\text{Pr}_{15}(\text{Fe}_{0.55}\text{Co}_{0.3}\text{Ni}_{0.1}\text{Zr}_{0.01}\text{Al}_{0.02}\text{Ga}_{0.02})_{77}\text{B}_8$

【0022】

【表2】

No.	水素含有量 (%)	粉砕歩留り (%)	平均粒径 (μ m)	Br (kG)	illc (kOe)	(BII)max (MG0e)	備 考
1 a	10	91	2.8	10.6	21.6	25.8	適 合 例 1
1 b	0	76	3.0	10.6	21.5	25.8	比 較 例 1
2 a	10	93	2.9	11.2	13.8	29.1	適 合 例 2
2 b	0	70	3.3	11.1	13.8	29.0	比 較 例 2
3 a	10	95	3.0	10.5	15.1	24.7	適 合 例 3
3 b	0	69	3.1	10.6	15.2	24.9	比 較 例 3
4 a	10	94	2.8	10.6	16.3	24.8	適 合 例 4
4 b	0	72	3.2	10.5	15.8	24.1	比 較 例 4
5 a	10	94	3.0	10.6	16.4	24.9	適 合 例 5
5 b	0	70	3.1	10.5	16.5	25.0	比 較 例 5
6 a	10	91	2.8	10.8	15.3	27.0	適 合 例 6
6 b	0	75	3.1	10.7	15.2	26.8	比 較 例 6
7 a	10	96	2.7	10.9	15.1	28.1	適 合 例 7
7 b	0	67	3.0	10.9	14.9	28.0	比 較 例 7
8 a	20	90	2.9	11.4	12.5	32.6	適 合 例 8
8 b	0	68	3.3	11.2	12.1	30.8	比 較 例 8
9 a	20	93	2.8	11.5	11.8	32.8	適 合 例 9
9 b	0	71	2.9	11.6	11.9	33.0	比 較 例 9
10 a	20	92	2.8	10.8	15.5	26.9	適 合 例 10
10 b	0	68	3.0	10.7	15.5	26.8	比 較 例 10
11 a	20	96	3.0	10.8	13.9	26.0	適 合 例 11
11 b	0	75	3.3	10.9	13.5	26.2	比 較 例 11
12 a	10	90	2.7	11.1	12.8	29.0	適 合 例 12
12 b	0	66	2.9	11.0	12.7	28.8	比 較 例 12
13 a	10	94	2.7	10.9	7.0	26.4	適 合 例 13
13 b	0	74	3.1	10.9	6.7	26.0	比 較 例 13
14 a	10	92	2.7	11.6	7.0	32.1	適 合 例 14
14 b	0	69	3.0	11.5	7.0	31.9	比 較 例 14
15 a	10	92	3.0	10.8	14.1	25.9	適 合 例 15
15 b	0	69	3.2	10.9	13.7	26.0	比 較 例 15
16 a	10	93	2.8	10.7	14.6	24.8	適 合 例 16
16 b	0	73	3.1	10.7	14.3	24.7	比 較 例 16
17 a	20	95	2.9	10.5	13.1	23.0	適 合 例 17
17 b	0	74	3.0	10.3	12.8	22.5	比 較 例 17
18 a	20	92	2.8	10.7	12.8	26.2	適 合 例 18
18 b	0	71	3.1	10.8	12.7	26.2	比 較 例 18
19 a	20	90	2.8	11.5	6.1	27.3	適 合 例 19
19 b	0	64	3.2	11.5	5.8	26.8	比 較 例 19
19 c	25	91	2.8	10.9	5.9	25.6	適 合 例 20
19 d	0.5	66	3.1	11.5	5.9	26.8	比 較 例 21

【0023】実施例2

実施例1と同じ合金組成を、実施例1と同様にして5mm
径程度まで粗粉砕したのち、Moボートに載せ、加熱炉内
で水素含有量 10vol%の H_2 -Ar混合ガス気流中にて 300
℃、2時間処理した後、 1×10^{-5} Torrの真空中で 300
℃、2時間脱水素処理する、といったサイクルを、表 3 40
に示した回数だけ繰り返した。ついで、水素中処理した
粗粒粉を、実施例1と同様の手法で、中粉砕、微粉砕、
成形、焼結することによって磁石を作製し、その磁気特
性を調査した。得られた結果を表3に示したが、同表に
示したとおり、水素脆化処理の回数が2回以上で良好な
粉砕歩留りを達成することができた。

【0024】

【表3】

No.	合金組成 (at%)	水素含有量 (%)	粉碎サイクル (回)	粉碎歩留 (%)	平均粒径 (μm)	Br (kG)	iHc (kOe)	(BH) _{max} (MGOe)	備考
1	(Nd _{0.03} Dy _{0.07}) ₁₅ (Fe _{0.58} Co _{0.3} Ni _{0.1} Ti _{0.01} Ca _{0.02}) ₇₇ B ₈	10	1	79	2.9	10.6	21.4	25.7	比較例
2	"	10	2	91	2.8	10.6	21.6	25.8	通合例
3	"	10	4	93	2.6	10.5	22.0	25.7	"

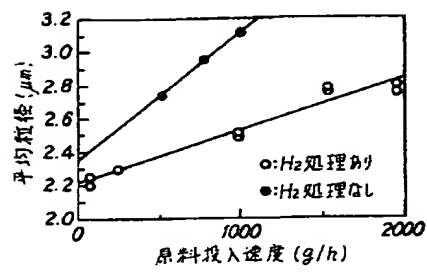
【0025】

【発明の効果】かくしてこの発明によれば、原料合金の被粉碎性を改善して、磁石特性を低下させることなしに、微粉碎効率を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】ジェットミル粉碎時における原料投入速度と得られた微粉末の平均粒径との関係を示したグラフである。

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶
// H01F 1/06

識別記号 庁内整理番号 F I

技術表示箇所